

А.Ф. ДАНИЛЕНКО, канд. техн. наук, НТУ "ХПИ",
А.А. ФИОФИЛОВА (г. Харьков)

АВТОМАТИЗАЦИЯ УПРАВЛЕНИЯ ЯМР СПЕКТРОМЕТРОМ

Запропонована система автоматизації управління і збору даних для ЯМР спектрометра із застосуванням засобів обчислювальної техніки. Розроблена схема автоматизованого формування вхідної імпульсної послідовності для ЯМР спектрометрів на базі мікропроцесора, а також система обробки і аналізу одержаних даних за допомогою персонального комп'ютера.

Control automation system and system of gathering data for NMR spectrometer applying computer techniques are proposed. The scheme of automatic formation of the incoming impulse consistency for NMR spectrometers on the base of the microprocessor as well as the system of processing and analysis of the received data with the help of PC is worked out.

Постановка проблемы. Явление ядерно-магнитного резонанса (ЯМР) было открыто Блохом и Перселлом в 1946 году и в настоящее время находит разнообразное применение в различных областях физики, химии, биологии и техники. ЯМР наблюдается в твердых, жидких и газообразных веществах и используется для измерения ядерных констант (спина ядра и магнитного момента), для определения структуры молекул и кристаллов, для изучения фазовых переходов в веществе [1].

В ЯМР экспериментах, как и при других спектральных исследованиях, информацию о веществе получают с помощью воздействия на скорость перехода микрочастиц из одного энергетического состояния на другое состояние. По закону сохранения энергии изменение энергетического состояния может происходить за счет либо поглощения, либо излучения электромагнитного поля. В данном случае, при переходе с изменением ориентации спина по полю на ориентацию против поля будет поглощаться электромагнитное поле радиочастотного диапазона. При обратных переходах поле будет излучаться.

Для экспериментального наблюдения за исследуемыми объектами используются магнитометры ЯМР. Работа всех ЯМР магнитометров основана на измерении тем или иным способом ларморовской частоты прецессии ядер в магнитном поле, связанной с индукцией поля B через гиромагнитное отношение γ , являющееся свойством данного типа ядер:

$$\omega = \gamma \cdot B. \quad (1)$$

Методика заключается в воздействии на ядра, содержащиеся в образце, радиочастотными импульсами с последующей регистрацией либо сигнала спада свободной индукции (ССИ), либо сигнала "спинового эха". Длительность сигналов, оказывающая большое влияние на точность измерений поля, определяется двумя факторами: поперечной релаксацией, обусловленной взаимодействием спинов ядер друг с другом и с решеткой, и

разбросом частот прецессии ядер в образце, вызванным неоднородностью магнитного поля [2, 3].

Процесс измерения времен релаксации требует использования когерентных многоимпульсных последовательностей, где импульсы должны иметь прямоугольную форму и соответствующие конкретному эксперименту длительность и период. Важным параметром магнитометра является "мертвое время" – промежуток времени между импульсами, необходимое приемному тракту магнитометра для восстановления своей способности принимать и усиливать сигналы ЯМР. Если интервал между импульсами будет больше или меньше этого времени, то результат измерения амплитуды эхо-сигнала будет неверным [4]. В настоящее время в большинстве установок приходится практически вручную настраивать генераторы импульсов для получения такой входной импульсной последовательности.

Анализ литературы. Для получения импульсных последовательностей используют синтезаторы частоты, которые включают в себя генераторы прямоугольных импульсов. В научно-исследовательских комплексах ЯМР наибольшее распространение получили синтезаторы частоты на основе фазовой подстройки частоты (ФАПЧ). Типовые синтезаторы, использующие этот метод синтеза, позволяют получить сигнал с частотой до нескольких сотен мегагерц и обеспечивают высокую спектральную чистоту сигнала, необходимую для аппаратуры ЯМР. Среди недостатков синтезаторов на основе ФАПЧ наиболее существенными являются: низкая скорость перестройки частоты, узкий диапазон синтезируемых частот, сложность изготовления и настройки. Поэтому в последнее время все большее распространение получает другой метод синтеза частот – прямой цифровой синтез (Direct Digital Synthesis). Суть данного метода заключается в формировании в определенные дискретные моменты времени цифрового кода, соответствующего амплитуде синусоидального сигнала в данный момент времени, и преобразовании цифрового кода с помощью цифро-аналогового преобразователя в аналоговую форму [5].

Микросхемы синтезатора на основе метода прямого синтеза получили широкое распространение в современных установках ЯМР. Такие микросхемы, сопряженные с шиной VME, позволяют с помощью программного интерфейса выполнять следующие функции: в режиме возбуждения задавать частоту радиочастотных импульсов возбуждения; в режиме приема создавать ортогональный сигнал с частотой ядерного магнитного резонанса для квадратурного детектора [6].

Цель работы. Разработать схему автоматизированного формирования входной импульсной последовательности для ЯМР спектрометров на базе микропроцессора, а так же систему приема и обработки ответных сигналов.

Решение задачи. Связь между величиной измеряемого сигнала и параметрами измерителя имеет вид:

$$A_i = A_0 \exp((-2/T_2) \cdot T), \quad (2)$$

где A_i – величина измеряемого сигнала; A_0 – величина, определяемая свойствами исследуемого образца; T_2 – время спин-спиновой релаксации, T – интервал между входными импульсами [7].

На рис. 1 приведена схема формирования входной импульсной последовательности для ЯМР и реакции ССИ. Важным параметром, помимо интервала между импульсами, является закон убывания заднего фронта первого импульса, он должен быть экспоненциальным.

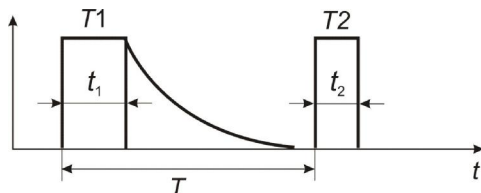


Рис. 1. Схема входной импульсной последовательности спектрометра ЯМР

Для формирования такой импульсной последовательности разработана схема, представленная на рис. 2. Сформированные первый и второй импульсы с заданной длительностью с помощью синтезатора частоты подаются на вход микропроцессора и записываются в его память.

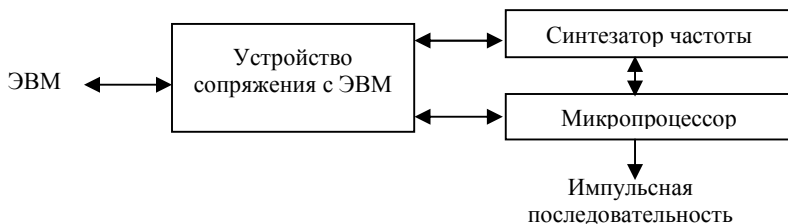


Рис. 2. Схема формирования входной импульсной последовательности спектрометра ЯМР

При проведении исследования микропроцессор регистрирует ССИ. Характер его убывания и закон изменения определяет необходимое расстояние между импульсами длительностью t_1 и t_2 . Затем на выходе микропроцессора формируется необходимая импульсная последовательность по вычисленным параметрам. Для оценки величины T используется параметр, получаемый из анализа характера спада ССИ. Характер его убывания и закон изменения входного импульса определяется последовательным сравнением нормированных значений импульса с шаблонными значениями для заданных отсчетов. С целью упрощения анализа рассчитаны и определены шаблоны различных функций и помещены в память микропроцессора.

Для анализа и обработки полученных данных от установки сигнал с датчиков ЯМР с частотой свободной прецессии ядер и амплитудой от нескольких микровольт поступает в предусилитель, а затем и в усилитель. Предусилитель расположен на минимально возможном расстоянии от датчика, каждый датчик имеет свой предусилитель, так как усиливать сигнал в непосредственной близости от датчика очень важно, поскольку это предотвращает потери в отношении сигнала к шуму, вызванные как затуханием в кабеле, так и возможными наводками на него. После усиления частота сигнала переводится в низкочастотную область, затем сигнал преобразовывается с помощью АЦП в массивы цифровых кодов. Вся последующая обработка выполняется в цифровом виде во внешней ЭВМ с помощью специализированных программных пакетов. Полный цикл измерения включает в себя две стадии: стадию накопления сигнала и стадию обработки. На стадии накопления осуществляется суммирование массивов сигналов, каждый из которых получен в течение одного элементарного цикла, для повышения отношения сигнала к шуму. В результате накопления и усреднения сигнала отношение сигнала к шуму увеличивается и выполняется последующая цифровая обработка полученного сигнала [8].

Выводы. Предложена схема автоматизированного формирования входной импульсной последовательности для ЯМР спектрометра на базе микропроцессора. Система позволяет оптимизировать момент начала появления импульса T_2 , что обеспечивает получение максимальной амплитуды сигнала "спинового эха". Применение микропроцессора позволяет значительно снизить требования к персональному компьютеру по быстродействию.

Список литературы: 1. Эрнст Р., Боденхаузен Дж. ЯМР в одном и двух измерениях. – М.: Мир, 2000. – 711 с. 2. Пивоваров П.П. Теоретична технологія продукції громадянського харчування. – Харків, 2000. – 116 с. 3. Олсон Г., Пиани Д. Цифровые системы автоматизации процесса управления. – СПб.: Невский диалект, 2002. – 254 с. 4. Borovikov V.M., Fedurin M.G., Karpov V.G. Precise NMR measurement and stabilization system of magnetic field // Nucl. Instr. and Methods in Physics research. – 2001. – 468 p. 5. Ридико Л. Компоненты и технологии. – М.: Мир, 2001. – 104 с. 6. Шубин Е.И. Широкополосный синтезатор частоты прямого синтеза в стандарте VME. – Новосибирск, 2002. – 153 с. 7. Феррар Т., Беккер Э. Импульсная и Фурье-спектроскопия ЯМР. – М.: Мир, 1973. – 164 с. 8. Карпов В.Г., Медведко А.С. Прецизионные магнитометры на основе ЯМР в стандарте VME. – Новосибирск: ИЯФ им. Будкера Г.И., 2004. – 55 с.

Поступила в редакцию 30.03.2007